



17 / 22

Patent Number: DE3245318 A1 19840614

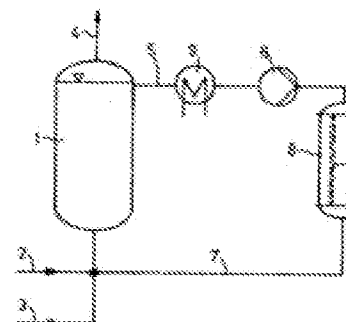
## Process for carrying out pressure reactions with suspended catalysts

(DE3245318)

## VERFAHREN ZUR DURCHFUEHRUNG VON DRUCKREAKTIONEN MIT SUSPENDIERTEN KATALYSATOREN

(DE3245318)

In a gas/liquid pressure reaction in the presence of a catalyst, the chemical reaction between the gaseous phase and the liquid phase takes place in a closed reactor (1) at elevated pressure under the action of a finely disperse catalyst suspended in the liquid. The catalyst remains here in the reaction region. For this purpose, a part of the reaction fluid is branched off from the reactor vessel and recirculated through a microfilter (8) operating under the full working pressure in accordance with the crossflow principle. The liquid reaction product is continuously taken off as filtrate at the membrane filter. The essential point is that the suspension stream branched off from the reactor is recycled in a reconcentrated form back to the reactor (1) after the filtrate stream has been taken off in the microfilter (8). <IMAGE>



©Questel

**Inventor(s):** SCHULZ-WALZ AXEL DIPL ING DR  
SCHMITZ HEINZ-JOSEF DIPL ING D

**Patent Assignee:** BAYER AG

### FamPat family

Publication Number	Kind	Publication date	Links
<a href="#">DE3245318</a>	A1	19840614	
STG:	Doc. Laid open (First publication)		
AP :	1982DE-3245318 19821208		
<a href="#">DE3245318</a>	C2	19921203	
STG:	Patent Specification (Second publication)		
<a href="#">DE3245318</a>	C3	19960620	
STG:	Patent Specification (Third publication)		

**Priority Details:** 1982DE-3245318 19821208

©Questel



DEUTSCHES  
PATENTAMT

21 Aktenzeichen: P 32 45 318.3  
22 Anmeldetag: 8. 12. 82  
43 Offenlegungstag: 14. 6. 84

DE 3245318 A1

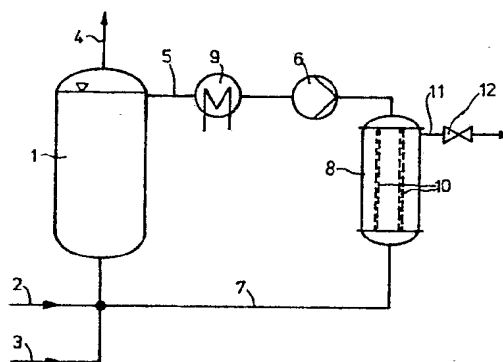
71 Anmelder:  
Bayer AG, 5090 Leverkusen, DE

72 Erfinder:  
Schulz-Walz, Axel, Dipl.-Ing. Dr., 5068 Odenthal, DE;  
Schmitz, Heinz-Josef, Dipl.-Ing. Dr., 5060  
Bergisch-Gladbach, DE

Behördeneigentlich

54 Verfahren zur Durchführung von Druckreaktionen mit suspendierten Katalysatoren

Bei einer Gas-Flüssig-Druckreaktion unter Anwesenheit eines Katalysators erfolgt die chemische Reaktion zwischen der gasförmigen und der flüssigen Phase in einem geschlossenen Reaktor (1) bei erhöhtem Druck unter Einwirkung eines fein verteilten, in der Flüssigkeit suspendierten Katalysators. Der Katalysator verbleibt dabei im Reaktionsbereich. Zu diesem Zweck wird ein Teil der Reaktionsflüssigkeit aus dem Reaktorbehälter abgezweigt und durch ein unter dem vollen Betriebsdruck arbeitendes, nach dem Querstromprinzip betriebenes Mikrofilter (8) rezirkuliert. Das flüssige Reaktionsprodukt wird kontinuierlich als Filtrat am Membranfilter abgezogen. Wesentlich ist dabei, daß der aus dem Reaktor abgezweigte Suspensionsstrom nach Abzug des Filtratstromes im Mikrofilter (8) in aufkonzentrierter Form wieder dem Reaktor (1) zugeführt wird.



DE 3245318 A1

ORIGINAL INSPECTED

Patentansprüche

- 1) Verfahren zur kontinuierlichen Durchführung von Gas/Flüssig-Druckreaktionen mit einem im Reaktionsbereich verbleibenden suspendierten Katalysator, dadurch gekennzeichnet, daß ein Teil der Reaktionsflüssigkeit aus dem Reaktionsbehälter abgezweigt und durch ein unter dem vollen Betriebsdruck arbeitendes, nach dem Querstromprinzip betriebenes, Mikrofilter rezirkuliert wird und das flüssige Reaktionsprodukt als Filtrat am Membranfilter abgezogen wird.
- 2) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Mikrofilter ein Rohr- oder Schlauch- oder Plattenmodul verwendet wird.
- 3) Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Mikrofilter bei Temperaturen von 80-200°C, bevorzugt 100-150°C, betrieben wird.
- 4) Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Mikrofilter bei Betriebsdrücken  $\geq 10$  bar auf der Suspensionsseite und Differenzdrücken zwischen Suspension und Filtrat  $\leq 6$  bar betrieben wird, vorzugsweise bei einem Betriebsdruck  $> 30$  bar und einem Differenzdruck  $< 3$  bar.

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

5090, Leverkusen, Bayerwerk

Zentralbereich

Patente, Marken und Lizenzen Ki/bc/c

7. Dez. 1982

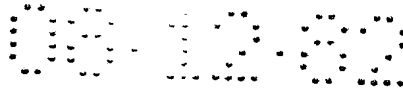
Verfahren zur Durchführung von Druckreaktionen mit sus-  
pendierten Katalysatoren

- Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur kontinuierli-  
chen Durchführung von Gas-Flüssig-Druckreaktionen mit  
einem im Reaktionsbereich verbleibenden suspendierten  
Katalysator. Bei derartigen Reaktionen erfolgt die che-  
5 mische Reaktion zwischen der gasförmigen und der flüssi-  
gen Phase in einem geschlossenen Reaktor bei erhöhtem  
Druck unter Einwirkung eines feinverteilten, in der  
Flüssigkeit suspendierten Katalysators. Der Katalysa-  
tor verbleibt dabei im Reaktionsbereich.
- 10 Eine Vielzahl von chemischen Reaktionen wird bei erhöhtem  
Druck und unter Zusatz eines suspendierten Katalysators  
durchgeführt. Beispielhaft seien genannt: Hydrierungen,  
Hydroformulierungen mit CO/H<sub>2</sub>-Gasgemischen, die Her-  
stellung aromatischer Urethane unter Verwendung von
- 15 Kohlenmonoxid, aliphatische Alkohole aus CO/H<sub>2</sub>-Gas-  
gemischen oder die Herstellung von Kohlenwasserstoffen  
nach Fischer-Tropsch. Bei all diesen Reaktionen wird  
der Katalysator im allgemeinen durch die Reaktion nicht

verbraucht, so daß er - abgesehen von kleinen Überschußmengen - nicht aus dem unter Druck stehenden Reaktionsbereich ausgeschleust werden müßte.

Bei Versuchsreaktoren oder bei Reaktoren kleinerer Bauart wird deshalb häufig versucht, den Katalysator im Reaktor einzuschließen. Dies geschieht etwa durch den Einbau von Sintermetall- oder Keramikfritten, oder durch entsprechende Drahtgewebekonstruktionen. Der Aufbau eines Filterkuchens auf diesen Filterelementen kann dabei trotz eingebauter Rührer meist nicht verhindert werden. All diesen Systemen ist gemeinsam, daß sie sich für größere technische, insbesondere kontinuierlich betriebene Reaktoren nicht eignen. Der Grund hierfür ist, daß die benötigten Filterflächen in großen Reaktoren nicht mehr untergebracht werden können, die Systeme außerdem bei größerer Baugröße sehr schnell die Grenzen ihrer mechanischen Belastbarkeit erreichen (Zusammendrücken des Systems bei zu hohem Differenzdruck) und Sintermaterialien aus metallischen Werkstoffen häufig schwer schweißbar sind, was zu erheblichen Problemen bei der konstruktiven Gestaltung führt. Risse an Schweißnähten derartiger Sintermetallelemente ziehen z.B. die Notwendigkeit zur Stilllegung des gesamten Reaktors nach sich.

Aus diesem Grund werden heute Druckreaktionen mit suspendierten Katalysatoren normalerweise so durchgeführt, daß der Katalysator nicht im Reaktor zurückgehalten wird, sondern mit dem Produkt ausgetragen wird, in den drucklosen Bereich entspannt und dort unter Anwendung klassischer Trennapparate wie Dekanter, Filter, Filterkerzen, Hydrozyklone oder dergleichen von der flüssigen Phase abgetrennt wird. Entsprechend dem jeweils einge-



3245318

- 2 - 4

setzten Abtrennverfahren wird anschließend die Handhabung einer konzentrierten Suspension oder eines feuchten Feststoffes notwendig. Der Feststoff muß wieder angemaischt werden und wird anschließend über Hochdruck-Einspritz-

5 pumpen wieder in die Reaktionsstufe eingeführt. Je nach Verfahren wird dabei ein kleinerer Teil des Katalysators vor der Rückspeisung regeneriert.

Die Nachteile dieses Systems liegen in dem großen Katalysatorkreislauf mit einer Vielzahl von Apparaten und den

10 Risiken der Verkrustung oder Verstopfung in den suspensionsführenden Bereichen. Technologisch schwierig ist die Entspannung der Suspension aus hohen Druckbereichen (Verschleißproblem) ebenso wie das Wiedereinpumpen der Suspension. Das Wiedereinpumpen der Suspension ist außerdem

15 mit einem erheblichen Energieverbrauch verbunden. Mangelnde Trennschärfe des Verfahrens zur Feststoffabtrennung führt zu einer Verschleppung des Katalysators in die nachfolgenden Verfahrensstufen und kann dort zu Störungen führen.

20 Ansätze zur Verbesserung des Standes der Technik in Bezug auf die Trennschärfe des Katalysatorabtrennverfahrens sind in der Anwendung von porösen Filterschläuchen, z.B. aus Polypropylen, Zusammenfassung dieser Schläuche in Filtermodulen und ihrem Betrieb nach der Querstrom-Filter-

25 technik zu sehen (Crossflow-Mikrofiltration, dynamische Filtration) [17, [27, [37, [47, [67. Diese Filtertechnik führt im allgemeinen selbst bei kleiner Korngröße des suspendierten Katalysators zu einem klaren Filtrat. Die Filtratleistungen sind jedoch meist nicht

Le A 22 004

JANUARI 1980  
BAD ORIGINAL

sehr hoch, außerdem ist im allgemeinen eine periodische Rückspülung der Filterschläuche notwendig. Diese Verfahren arbeiten bei Drucken von einigen wenigen bar und bringen auf diese Weise keinen grundsätzlichen Fortschritt  
5 in Bezug auf die Frage der Zurückhaltung des Katalysators im unter Druck stehenden Reaktionsbereich.

Eine Weiterentwicklung des Standes der Technik ist darin zu sehen, daß in letzter Zeit bei der Hydrierung von aromatischen Nitro-Verbindungen Sedimentationssysteme  
10 im Druckbereich eingesetzt werden. Dabei wird ein Sedimentationsgefäß an den Reaktor angebaut, der Unterlauf mit der konzentrierten Suspension wieder in den Reaktor eingeführt und der Oberlauf abgezogen und in den Niederdruckbereich entspannt. Da aus wirtschaftlichen Gründen  
15 dieser Sedimentationsbehälter im Druckbereich nicht beliebig vergrößert werden kann, ist ein derartiges Vorgehen nur möglich, wenn der suspendierte Katalysator infolge seiner Korngröße und der Dichtedifferenz zur Flüssigkeit ein relativ gutes Sedimentierverhalten hat.  
20 Der Oberlauf des Sedimentators enthält im allgemeinen Feinanteile des Katalysators, wobei die Feststoffmenge in der Flüssigkeit dabei bis zu 0,1 Gew.-% beträgt 57.

Allen externen Katalysatorkreisläufen gemeinsam ist, daß beim Entspannen in den Niederdruckbereich erhebliche mechanische Kräfte auf den Katalysator einwirken,  
25 was zu Veränderungen der für die katalytische Funktion besonders wichtigen Oberflächenstruktur führen kann. Andere Katalysatorsysteme werden durch die Druckab-

senkung deaktiviert und müssen nach der Wiedereinspeisung in den Druckbereich gegebenenfalls in einem Vorreaktor wieder präformiert werden.

Es bestand daher die Aufgabe, ein Verfahren zu finden, bei dem der suspendierte Katalysator in seiner voll katalytisch wirksamen Form im Reaktionsbereich verbleibt und nur das Rohprodukt der Reaktion als feststofffreie Flüssigkeit aus der Reaktionsstufe in den Niederdruckbereich entspannt wird.

10 Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß ein Teil der Reaktionsflüssigkeit aus dem Reaktionsbehälter abgezweigt und durch ein unter dem vollen Betriebsdruck arbeitendes, nach dem Querstromprinzip betriebenes Mikrofilter rezirkuliert wird, das flüssige  
15 Reaktionsprodukt als Filtrat am Mikrofilter abgezogen wird. Aus dem Reaktor wird also ein Suspensionsstrom entnommen, der mit vollem Betriebsdruck im Kreislauf durch ein druckfestes Querstromfiltrationssystem geführt wird. Unter "Betriebsdruck" wird dabei verstanden, daß in dem Zirkulationssystem der Reaktionsdruck (Druck im Reaktionsbehälter) abzüglich der strömungsbedingten Druckverluste im Leitungssystem herrscht. Auf der Filtratseite herrscht dabei ein wenig darunterliegender Druck. Dies bedeutet, daß die Filterrohre bzw.  
25 Schläuche des Querstromfiltrationssystems im Hinblick auf die mechanische Belastung trotz des hohen Systemdruckes nur dem Differenzdruck zwischen Innen- und



Außenseite des Filtermediums ausgesetzt sind. Gegenstand der Erfindung ist demgemäß ein Verfahren, bei dem ein Suspensionsstrom mit der im Reaktor vorliegenden Konzentration abgegriffen und nach Abzug des Filtratstromes in  
5 aufkonzentrierter Form wieder dem Reaktor zugeführt wird. Dabei ist es unerheblich, ob die Suspension über eine Kreiselpumpe, einen Injektor, oder ein im Reaktor eingebautes Rührwerk zirkuliert wird.

Das Mikrofilter besteht dabei aus einem Rohr- bzw. Schlauch-  
10 modul.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird das Membranfilter bei Temperaturen von 80 bis 200°C, vorzugsweise bei 100 bis 150°C betrieben.

Das Verfahren wird vorteilhaft bei einem Betriebsdruck  
15  $\geq 10$  bar auf der Suspensionsseite und Differenzdrucken zwischen Suspension und Filtrat  $\leq 6$  bar durchgeführt. Vorzugsweise wird ein Betriebsdruck von mindestens 30 bar und ein Differenzdruck von höchstens 3 bar eingehalten.

Das erfindungsgemäße Verfahren weist folgende bedeutende  
20 Vorteile auf:

- Der gesamte teure und wartungsintensive externe Suspensionskreislauf entfällt.

- Die technologisch aufwendigen Verfahrensschritte wie Entspannung der Suspension von hohen Betriebsdrücken auf Umgebungsdruck und die energieaufwendige Wiedereinspeisung der Suspension in den Druckreaktor über Einspritzpumpen entfällt.
- Die benötigte Filterfläche ist erheblich kleiner als beim Betrieb einer Querstrom-Filtration bei niederen Drücken und Temperaturen.
- Der suspendierte Katalysator wird in seiner aktiven Form in der Reaktionsstufe belassen, die Gefahr der Beschädigung der Katalysatorstruktur durch starke mechanische Belastung ist gegenüber dem herkömmlichen Verfahren erheblich vermindert.
- Das Filtrat ist im allgemeinen feststofffrei, so daß Verschmutzungen nachgeschalteter Verfahrensstufen ausgeschlossen sind.
- Durch Umwälzung des Filtratstromes über einen Kühler kann die für die Filtration genutzte Oberfläche gleichzeitig als Wärmeaustauschfläche genutzt werden.
- Durch Umschalten auf ein Reservesystem können Wartungs- und Reparaturarbeiten an der Filtereinheit durchgeführt werden, ohne die Reaktionsstufe und die nachfolgenden Verfahrensstufen stillzusetzen.

Im folgenden werden zunächst die wesentlichen Gesichtspunkte der verfahrenstechnischen Auslegung behandelt. Im Anschluß daran wird die Erfindung anhand von Prozeßbeispielen mit Hilfe eines Schemas in detaillierter Weise beschrieben.

## 1. Verfahrenstechnische Auslegung

Die Mikrofiltereinheit besteht aus einer Vielzahl von porösen, parallel geschalteten Schläuchen oder Rohren mit Innendurchmessern von 2 bis 20 mm, Wandstärken von 1 bis 5 mm, Porositäten im Bereich von 30 bis 80 % und Porendurchmessern unter 10µm. Als Werkstoff sind einerseits Fluorpolymere geeignet, wobei Polytetrafluorethylen (PTFE) und Polyvinylidenfluorid (PVDF) besonders bevorzugt sind. Andererseits kommt aber auch der Einsatz von Sintermetallrohren als Filterelement in Frage. Die Schlauch- bzw. Rohrlänge kann dabei einige Meter betragen, bevorzugt 0,5 bis 4 m. Die Filterschläuche oder Rohre müssen in einem Druckbehälter untergebracht werden, dessen Betriebsdruck dem des Reaktors entspricht. Die Anordnung der Filterrohre oder -schläuche kann dabei in ähnlicher Form erfolgen wie bei einem Rohrbündelwärmeaustauscher oder einem Rohrschlangenwärmetauscher. Bei Kunststoffrohren ist zu berücksichtigen, daß wegen der relativ hohen Betriebstemperaturen ein Einkleben der Rohre in die Böden im allgemeinen nicht möglich ist. Stattdessen muß zu Techniken der Verschweißung des Rohres mit einem aus gleichem Material bestehenden oder belegten Rohrboden gegriffen werden oder es müssen Klemmverbindungen zwischen den Rohren und dem in Metall ausgeführten Rohrboden eingesetzt werden oder formschlüssige Konstruktionen oder dergleichen verwendet werden.

- Die beim Betrieb des Apparates einzustellende, für die Filtrierung wirksame, Druckdifferenz zwischen dem Innenraum der Rohre und dem Außenraum ist vom gewählten Material, der Porosität des Materials, den Rohrabmessungen und der Betriebstemperatur abhängig. Sie liegt, wie oben schon erwähnt, vorzugsweise im Druckbereich von 1 bis 3 bar. Der jeweilige max. zulässige Differenzdruck muß im Betrieb durch eine entsprechende Meß- und Regeltechnik gewährleistet werden, gegebenenfalls begrenzt durch eine Berstscheibe oder ähnliche Überdrucksicherungen. Die Meß- und Regeltechnik muß ferner so ausgelegt werden, daß die bei der Querstromfiltration im allgemeinen notwendige periodische Rückspülung des Filtermediums durch Anheben des Druckes auf der Filtratseite (Druckumkehr) durchgeführt werden kann. Neben der Rückspülung mit dem Filtrat ist es auch möglich, das Filtermedium mit den dem Reaktor zuzuführenden Reaktanden oder dem Lösungsmittel zu spülen, indem zwei Filtersysteme wechselweise betrieben werden.
- Das erfindungsgemäße Verfahren wird, wie schon beschrieben, bei erhöhten Temperaturen durchgeführt (80-200°C, bevorzugt 100-150°C). In diesem Bereich liegen die Filtratleistungen wegen der mit zunehmender Temperatur kleiner werdenden Viskosität erheblich über den Werten, die bei einem klassischen Filtrationsverfahren dieser Art erreicht werden. Auf der anderen Seite ist die mechanische Belastbarkeit der Schläuche bzw. Rohre in diesem Temperaturbereich noch so groß, daß ausreichend

hohe Überdrucke im Rohrinneen aufgebracht werden können, ohne die zulässigen Grenzwerte der Materialbeanspruchung zu überschreiten.

- Im allgemeinen wird man die Mikrofiltereinheit auf dem gleichen Temperaturniveau betreiben, wie den Reaktor. Liegen die Reaktionstemperaturen zu hoch, kann ein Wärmetauscher vorgeschaltet werden. Eine besonders günstige Einsatzmöglichkeit für das erfindungsgemäße Verfahren ist dann gegeben, wenn bereits aus Gründen der Wärmeabfuhr ein externer Suspensionsumlauf existiert und die Filtrationseinheit lediglich an der temperaturmäßig optimalen Stelle dieses Kreislaufs eingefügt werden muß. Dabei ist trotz der bei der Querstrom-Filtration üblichen Betriebsweise mit relativ hohen Strömungsgeschwindigkeiten wegen der hohen Betriebstemperatur der Druckverlust so niedrig, daß der zusätzliche Einbau einer derartigen Filtrationseinheit in den Kreislauf keine wesentlichen Veränderungen der Pumpenauslegung nach sich zieht.
- Es war zunächst nicht vorherzusehen, daß man mit den genannten Kunststoffmaterialien das erfindungsgemäße Verfahren in den genannten Temperaturbereichen betreiben kann. Die sehr stark abnehmende dynamische Viskosität führt jedoch zu einem sehr starken Ansteigen des Filtratdurchsatzes, ferner wird der Druckverlust beim Durchströmen des Innenrohres erheblich kleiner. Sowohl der kleine Druckverlust vom Eingang zum Ausgang des Innenrohres, wie auch die kleine für die Filtration notwendige Druckdifferenz zwischen Innenraum des Roh-

00-00-00  
- 11 -  
12

3245318

res und Außenraum führen dazu, daß die mechanische Belastung des Filterrohres oder des Filterschlauches insgesamt recht klein bleibt und die mechanischen Festigkeitswerte ausreichen.

## 2. Ausführungsbeispiele

In der Zeichnung ist ein Fließschema für das erfindungs-  
gemäße Verfahren dargestellt. Kernstück der Anlage ist  
der Reaktor 1 zur Durchführung von Gas/Flüssig-Reaktio-  
5 nen mit suspendierten Katalysatoren. Die gasförmigen  
Komponenten werden über die Rohrleitungen 2, die flüs-  
sigen Komponenten über die Rohrleitung 3 in den Reaktor  
1 eingeführt. Der Katalysator wird dabei zu Beginn der  
Reaktion im Reaktor 1 vorgelegt oder zusammen mit der  
10 Flüssigkeit über die Rohrleitung 3 zugeführt. Nicht  
verbrauchtes oder bei der Reaktion entstehendes Gas  
wird über die Rohrleitung 4 abgeführt. Über die Rohr-  
leitung 5, die Kreiselpumpe 6 und die Rückleitung 7  
wird ein Flüssigkeitskreislauf, bestehend aus der Reak-  
15 tionsflüssigkeit und dem suspendierten Katalysator,  
aufgebaut. Der Flüssigkeitskreislauf wird über die  
Membranfiltereinheit 8 geführt, wobei über den vorge-  
schalteten Wärmeaustauscher 9 gegebenenfalls eine An-  
passung der Temperatur der Kreislaufflüssigkeit vorge-  
20 nommen werden kann. Die Mikrofiltereinheit 8 ist im  
Prinzip aufgebaut wie ein Rohrbündelwärmeaustauscher,  
bei dem das Wärmeaustauschrohr durch ein poröses Fil-  
terrohr 10 bzw. durch einen Filterschlauch ausgetauscht  
ist. Die Suspension durchströmt das Filterrohr 10 innen,  
25 wobei nach dem Prinzip der Querstromfiltration der  
Aufbau eines Filterkuchens durch die hohe Turbulenz  
der Strömung verhindert wird. Eine Druckdifferenz von  
einigen bar zwischen Rohrrinnenseite und der Rohraußen-  
seite wirkt als treibende Druckdifferenz für die Fil-  
30 tration, so daß das Filtrat im Außenraum gesammelt und

über die Rohrleitung 11 aus dem Apparat abgezogen werden kann. Im Regelventil 12 erfolgt dann die Entspannung des Filtrats vom Betriebsdruck auf den Normaldruck. Durch regelungstechnische Maßnahmen wird dabei die Druckdifferenz zwischen Rohrrinnenseite und Rohraußenseite auf einen solchen Wert eingestellt, daß der gewünschte Filtratdurchsatz erzielt wird, wobei bestimmte Maximalwerte für diese Druckdifferenz aus Gründen der mechanischen Belastbarkeit der Filterelemente nicht überschritten werden dürfen. Eine Rückspülung der Filtersysteme mit dem Filtrat kann gegebenenfalls vorgesehen werden.

In dieser Anlage 1 wurde z.B. Nitrobenzol als 30 %ige Lösung in Ethanol bei 180°C und 90 bar umgesetzt. Es wurde ein Katalysatorsystem aus 20 ppm  $\text{PdCl}_2$ , 1,2 Gew.-%  $\text{FeCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , 1 % Pyridin und  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  eingesetzt. Der Feststoff bestand dabei im wesentlichen aus feinkörnigem suspendiertem Eisenoxid mit einer mittleren Korngröße um 1µm. Der Katalysator wurde dabei zu Beginn des Versuchslaufes über die Rohrleitung 3 zusammen mit der Flüssigkeit in der Menge vorgegeben, so daß sich im Reaktor 1 eine Feststoffkonzentration von 7 Gew.-% einstellte.

Es wurden 0,62 kg/h Nitrobenzol und 0,55 kg/h Kohlenmonoxid eingesetzt. Die über die Rohrleitung 11 abgezogene Filtratmenge betrug 2,05 kg/h und enthielt 41 Gew.-% Phenylurethan. Die Kreislaufmenge betrug 60,9 kg/h, die Temperatur beim Eintritt in die Filtrationseinheit 8 140°C. Die Filtrationseinheit 8 war mit einem einzelnen zwischen zwei Rohrböden eingespannten Filtrationsschlauch 10 aus einem Fluorpolymeren ausge-



rüstet. Der Innendurchmesser des Schlauches betrug 3 mm, die Länge 300 mm. Die Porengrößen lagen im Bereich von einigen  $\mu\text{m}$ . Die Strömungsgeschwindigkeit im Inneren des Schlauches lag bei 3,5 m/s. Die Reynolds-Zahl betrug  
5 24 780. Die erreichte spezifische Filterleitung betrug  $0,69 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$ . Die für die Filtration wirksame Druckdifferenz lag im Mittel bei 1,3 bar. Rückspülungen wurden alle 30 Minuten durchgeführt. Das Filtrat war optisch klar.

- 10 Bei einem anderen Verfahrensbeispiel war die Druckfiltrationseinheit 8 mit drei Filterrohren mit einem Durchmesser von 5,5 mm und einer wirksamen Länge von 500 mm bestückt.

Es wurde Dinitrotoluol als 30 %ige Lösung in Methanol  
15 mit Wasserstoff bei  $150^\circ\text{C}$  und 60 bar umgesetzt. Als Katalysator wurde Raney-Nickel in einer Konzentration von 6 Vol.-% und Korngrößen im Bereich von 10 bis  $30\mu\text{m}$  eingesetzt.

- Über die Rohrleitung 2 wurden  $0,42 \text{ kg/h}$  Wasserstoff,  
20 über die Rohrleitung 3  $5,8 \text{ kg/h}$  DNT in Methanol eingesetzt. Der Filtratanfall betrug  $19,7 \text{ kg/h}$ , bestehend zu 68 Gew.-% aus Methanol, 20 Gew.-% Toluoldiamin und 12 % Wasser und sonstige Nebenprodukte.

- Die Kreislaufmenge betrug  $80 \text{ l/h}$ , die Eintrittsge-  
25 schwindigkeit in das Filterrohr  $0,93 \text{ m/s}$ , die Austrittsgeschwindigkeit  $0,7 \text{ m/s}$ . Als mittlere Reynolds-Zahl ergab sich 24 500. Die eingestellte Druckdifferenz lag bei 1 bis 2 bar. Rückspülungen wurden in

00-10-00

3245318

- 15 -  
16

größeren Zeitabständen vorgenommen. Die erreichte spezifische Filterleistung beträgt  $0,68 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$ .

Literaturzitate

- /17 A. Youval, S. Movshovich, Adriana Cojocar  
Dechema Monografie 80, Teil 1, Jahr 1976, S.  
239-257
- 5 /27 Fa. Purolator Filter GmbH, Öhringen, Bauartblatt  
Filtermodule: Pi 79/000 102
- /37 W. Klein, Crossflow-Mikrofiltration: Ein Verfahren  
zur Aufkonzentrierung von Suspensionen, VT 15 (1981)  
Nr. 7, S. 490 ff.
- 10 /47 W. Klein, Vortrag Achema 82: Anwendung der Crossflow-  
Mikrofiltration in der chemischen Industrie
- /57 Patent FR 1 599 004
- /67 EP-OS 52 719

- 18 -

Leerseite

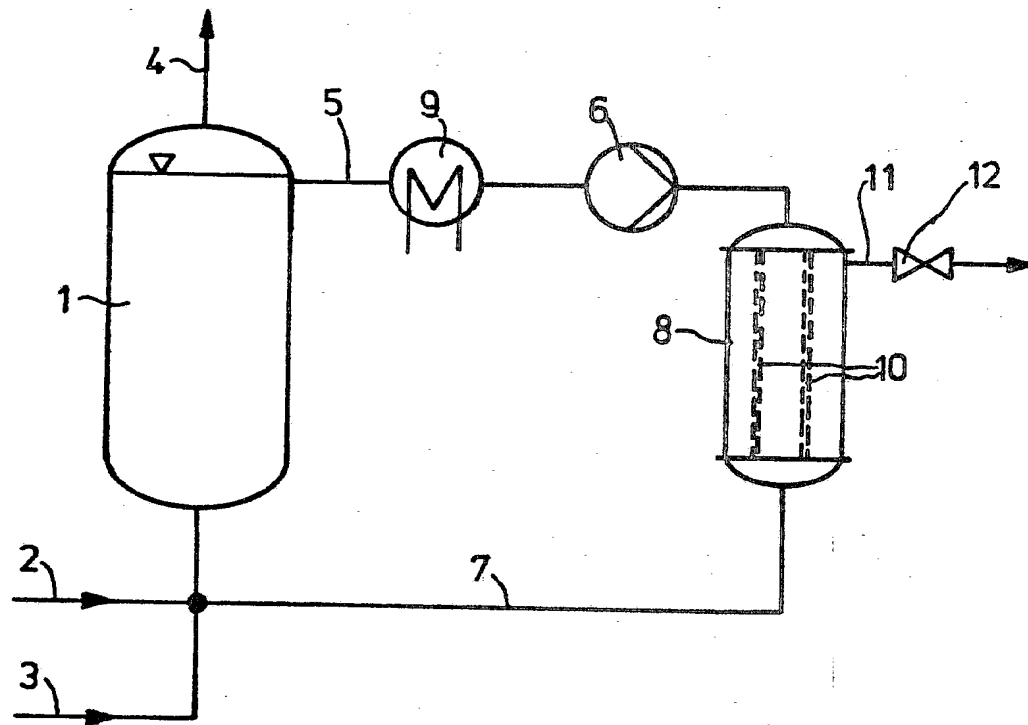


FIG. 1